

# Méthode de mesure indirecte de la capacité calorifique et de la conductivité thermique d'alliage métallique en lévitation utilisant la calorimétrie modulée.

Pascal SCHETELAT<sup>1\*</sup>, Jacqueline ETAY<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire d'Elaboration par Procédés Magnétique, EPM-MADYLAM BP 95  
38402 Saint Martin d'Hères FRANCE

\* (auteur correspondant : [pascal.schetelat@hmg.inpg.fr](mailto:pascal.schetelat@hmg.inpg.fr))

**Résumé** - La calorimétrie modulée utilisant la lévitation électromagnétique est une méthode de détermination indirecte de la capacité calorifique et de la conductivité thermique d'alliages métalliques très réactifs en phase liquide ou surfondus. Cette technique nécessite un modèle analytique des transferts thermiques dans l'échantillon. Une modélisation a été proposée [3], nous nous employons à valider ses hypothèses.

## Nomenclature

$A$	Surface totale de l'échantillon, $m^2$	$\varphi_p$	Déphasage puissance/température, $rad$
$Bi$	Nombre de Biot	$\phi$	Flux surfacique rayonné, $W.m^{-2}$
$c_p$	Capacité calorifique, $J.K^{-1} kg^{-1}$	$\Phi$	Puissance totale rayonnée, $W$
$g_e$	Fraction volumique équatoriale	$\kappa_{th}$	Conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
$h_c$	Coefficient de transfert conductif, $W.K^{-1}$	$\mu_0$	Permittivité du vide, $H.m^{-1}$
$h_r$	Coefficient de transfert radiatif, $W.K^{-1}$	$\rho$	Masse volumique, $kg.m^{-3}$
$P$	Puissance Joule totale, $W$	$\tau_c$	Temps caractéristique de conduction, $s$
$R$	Rayon de l'échantillon, $m$	$\tau_r$	Temps caractéristique de rayonnement, $s$
$s_e$	Fraction surfacique de la zone équatoriale	$\sigma$	Constante de Stefan-Boltzmann
$T$	Champ de température, $K$	$\sigma_e$	Conductivité électrique, $(\Omega.m)^{-1}$
$T_0$	Température extérieure, $K$	$\chi$	Source de puissance volumique, $W.m^{-3}$
$T_e$	Température à l'équateur, $K$	$\omega_1$	Pulsation du champ électromag., $rad.s^{-1}$
$T_p$	Température au pôle, $K$	$\omega_2$	Pulsation de la modulation, $rad.s^{-1}$
$T_{surf}$	Température à la surface, $K$	<i>Indices et exposants</i>	
$\Delta t$	Pas de temps numérique, $s$	$\bar{X}$	Moyenne temporelle de $X$
$t$	Temps, $s$	$\tilde{X}$	Partie fluctuante de $X$
<i>Symboles grecs</i>		$\tilde{X}_0$	Amplitude de $\tilde{X}$
$\varepsilon$	Emissivité hémisphérique totale		
$\delta$	Epaisseur de peau électromagnétique, $m$		

## 1. Introduction

La calorimétrie modulée en lévitation consiste à analyser le comportement thermique d'un échantillon dans lequel se développent des courants électriques induits. Ces courants génèrent une puissance Joule totale  $P$  modulée en amplitude. Les transferts thermiques ont lieu d'une part à l'intérieur de l'échantillon, par conduction, d'autre part à l'extérieur de l'échantillon, par rayonnement. Le rapport de ces transferts définit  $Bi$  le nombre de Biot global du système.

Dans cet article nous présentons le dispositif expérimental ainsi que le modèle analytique utilisé pour mesurer la capacité calorifique et la conductivité thermique de l'échantillon. Nous

insistons particulièrement sur les hypothèses sur lesquelles est basé ce modèle. Ces hypothèses sont testées par la mise en œuvre d'un code de calcul commercial auquel un module de calcul de l'induction a été joint. Nous présentons les résultats de ces calculs et les comparons aux résultats issus de l'analyse.

## 2. Calorimétrie modulée

### 2.1. Principe

Un échantillon sphérique de rayon  $R$  de conductivité électrique  $\sigma_e$ , est placé dans un inducteur parcouru par un courant électrique alternatif de haute fréquence ( $\omega_1/2\pi = 300$  à  $400$  kHz). Cet inducteur engendre un champ électromagnétique qui induit des courants localisés à la surface de l'échantillon dans une épaisseur de peau électromagnétique  $\delta$  :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \omega_1 \sigma_e}} \quad (1)$$

où  $\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \text{ H.m}^{-1}$  est la permittivité du vide. Ces courants interagissent avec le champ électromagnétique, engendrant d'une part une force permettant le positionnement de l'échantillon, d'autre part, le chauffage de l'échantillon par effet Joule.

La calorimétrie modulée consiste à perturber l'équilibre thermique de l'échantillon en modulant la puissance Joule totale  $P$  fournie à l'échantillon autour de sa valeur d'équilibre  $\bar{P}$  à une pulsation  $\omega_2$  très faible ( $0,01$  à  $50$  Hz) devant la pulsation du champ électromagnétique  $\omega_1$ .

$$P(t) = \bar{P} + \tilde{P}(t) \quad (2)$$

où  $\tilde{P}$  est la partie fluctuante de moyenne nulle de la forme  $\tilde{P} = \tilde{P}_0 \sin(\omega_2 t)$  avec  $\tilde{P}_0 = \alpha \bar{P}$ , où  $\alpha$  est l'amplitude relative de la perturbation.

En régime harmonique établi, on écrit les températures comme la somme d'un terme moyen et d'une perturbation de moyenne nulle :

$$T_p(t) = \bar{T}_p + \tilde{T}_p(t) = \bar{T}_p + \tilde{T}_{p,0} \sin(\omega_2 t + \varphi_p) \quad (3)$$

$$T_e(t) = \bar{T}_e + \tilde{T}_e(t) = \bar{T}_e + \tilde{T}_{e,0} \sin(\omega_2 t + \varphi_e) \quad (4)$$

La représentation schématique de l'échantillon dans l'inducteur est donnée Figure 1.  $T_p(t)$  et  $T_e(t)$  sont les températures mesurées par pyrométrie à la surface de l'échantillon aux positions polaire et équatoriale. La modulation sinusoïdale de la puissance, d'amplitude  $\tilde{P}_0$ , provoque une oscillation de la température polaire d'amplitude  $\tilde{T}_{p,0}$  autour d'une valeur moyenne  $\bar{T}_p$ . Le principe de l'analyse consiste à mesurer l'amplitude  $\tilde{T}_{p,0}$  et le déphasage  $\varphi_p$  en fonction de la pulsation de modulation  $\omega_2$ .

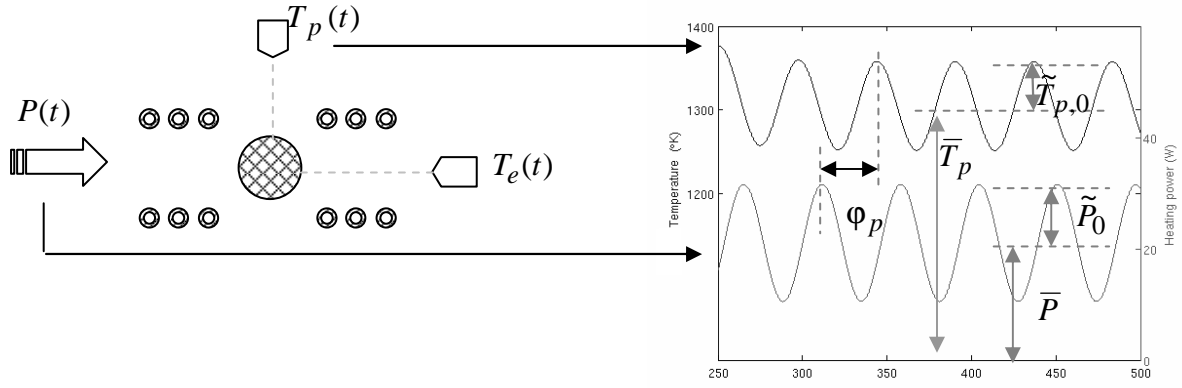


Figure 1: Vue schématique de l'échantillon à l'intérieur de l'inducteur et principe de mesure.

## 2.2. Modélisation thermique de l'échantillon

Une description simplifiée de la thermique dans l'échantillon est proposée par [2]. Elle repose sur les hypothèses suivantes.

(H1) La répartition des sources dans l'échantillon est supposée axisymétrique par rapport à l'axe passant par ses pôles. On distingue deux domaines géométriques. L'un est « équatorial », de fraction volumique  $g_e$  et de fraction de surface extérieure  $s_e$ , recevant l'intégralité de la puissance Joule. L'autre domaine est « polaire », de fraction volumique  $(1-g_e)$  et surfacique  $(1-s_e)$  et chauffé uniquement par conduction.

(H2) La température dans chacun de ces domaines est considérée homogène. Ainsi, on note  $T_e$  la température du domaine « équatorial » et  $T_p$  la température du domaine « polaire ».

(H3) L'échantillon est un solide, (H4) son volume est constant, (H5) sa géométrie est fixée et sphérique. (H6) Ses propriétés physiques sont indépendantes de la température. (H7) Les transferts de chaleur à l'intérieur se font uniquement par conduction. (H8) Les transferts thermiques vers l'extérieur se font uniquement par rayonnement et (H9) le rapport  $\tilde{T}_p/\bar{T}_p$  est suffisamment faible pour pouvoir linéariser les transferts radiatifs.

### 2.2.1. Transferts thermiques

Les transferts thermiques internes sont modélisés par un coefficient de transfert global de conduction  $h_c$  entre les domaines « équatorial » et « polaire ». La relation empirique suivante permet de relier ce coefficient à la conductivité thermique de l'échantillon [3]:

$$h_c = 4\pi(R - \gamma\delta)\kappa_{th} \quad (5)$$

où  $\gamma$  est un facteur de forme empirique et  $\delta$  l'épaisseur de peau électromagnétique (eq1).

Les transferts thermiques externes sont supposés purement radiatifs et correspondre à la puissance rayonnée par une surface grise Lambertienne d'émissivité hémisphérique totale  $\varepsilon$  vers un corps noir à température ambiante  $T_0$ . Le flux surfacique  $\phi$  s'exprime alors :

$$\phi = \varepsilon\sigma(T_{surf}^4(t) - T_0^4) \quad (6)$$

où  $T_{surf}$  est la température à la surface de l'échantillon et  $\sigma$  la constante de Stefan-Boltzmann.

Les hypothèses H1 H2 H5 H6 et H9 permettent d'intégrer l'équation 6 à la surface de chacun des deux domaines. Le développement au premier ordre de la puissance totale  $\Phi$  rayonnée au voisinage de la température stationnaire de la surface donne :

$$\Phi = A\varepsilon\sigma(\bar{T}_{surf}^4 - T_0^4) + h_r (s_e\tilde{T}_e(t) + (1-s_e)\tilde{T}_p(t)) + O(A\varepsilon\sigma\bar{T}_{surf}^2 \tilde{T}_e^2) \quad (7)$$

$$\text{avec } h_r = 4A\varepsilon\sigma\bar{T}_{surf}^3 \text{ et } \bar{T}_{surf} = \left[ \frac{\bar{P}}{A\varepsilon\sigma} + T_0^4 \right]^{1/4} \quad (8)$$

où  $A$  est l'aire totale de l'échantillon et  $h_r$  est le coefficient de transfert global par rayonnement.

Le nombre de Biot global du système est alors défini comme suit :

$$Bi = \frac{h_r}{h_c} \quad (9)$$

Le système d'équations différentielles régissant l'évolution dans le temps de  $\tilde{T}_p(t)$  et  $\tilde{T}_e(t)$  est alors :

$$\begin{cases} \rho V c_p g_e \frac{d\tilde{T}_e}{dt} = h_c [\tilde{T}_p - (1 + s_e Bi) \tilde{T}_e] + \tilde{P} \\ \rho V c_p (1 - g_e) \frac{d\tilde{T}_p}{dt} = h_c [\tilde{T}_e - (1 + (1 - s_e) Bi) \tilde{T}_p] \end{cases} \quad (10)$$

où  $c_p$  est la capacité calorifique totale de l'échantillon. En diagonalisant ce système et en intégrant les équations différentielles comme proposé dans [3], on déduit les expressions analytiques de l'amplitude  $\tilde{T}_{p,0}$  et du déphasage puissance / température polaire  $\varphi_p$  :

$$\tilde{T}_{p,0} = \frac{\tilde{P}_0 h_c}{(\rho V c_p)^2 g_e (1 - g_e) \left[ (\tau_c^{-2} + \omega_2^2)(\tau_r^{-2} + \omega_2^2) \right]^{1/2}} \quad (11)$$

$$\cos(\varphi_p) = \frac{(\tau_c \tau_r)^{-1} - \omega_2^2}{\sqrt{(\omega_2^2 + \tau_c^{-2})(\omega_2^2 + \tau_r^{-2})}} \quad (12)$$

où  $\tau_r = \rho V c_p / h_r$  et  $\tau_c = \rho V c_p g_e (1 - g_e) / h_c$  sont les temps caractéristiques à l'ordre 0 en nombre de Biot, associés respectivement aux transferts par rayonnement et par conduction. On remarque que pour une pulsation caractéristique  $\omega_{max} = 1 / \sqrt{\tau_r \tau_c}$  le déphasage entre  $\tilde{P}$  et  $\tilde{T}_p$  vaut  $\pi/2$ . Ainsi, en mesurant l'amplitude de la température au pôle pour cette pulsation caractéristique, on trouve la capacité calorifique totale de l'échantillon par :

$$c_p = \frac{\tilde{P}_0}{\omega_2 \tilde{T}_{p,0} (1 + Bi (g_e + s_e - 2g_e s_e)) \rho V} \quad (13)$$

où les fractions volumiques et surfaciques  $g_e$  et  $s_e$  sont à priori inconnues. On remarque que pour un nombre de Biot  $Bi$  négligeable, on obtient directement  $c_p \cong \tilde{P}_0 / (\omega_2 \tilde{T}_{p,0} \rho V)$  formule qui ne nécessite pas de connaissance préalable de  $g_e$  et  $s_e$ .

De la même manière, pour  $Bi$  négligeable, on déduit la conductivité thermique à partir de la mesure du temps caractéristique de rayonnement  $\tau_r$  et de la pulsation caractéristique  $\omega_{max}$  :

$$\kappa_{th} = \frac{\rho V c_p g_e (1 - g_e) \tau_r \omega_{max}^2}{4\pi(R - \gamma\delta)} \quad (14)$$

### 3. Résultats

#### 3.1.1. Conditions de la simulation

Le champ de température dans l'échantillon sphérique est simulé par le code de volumes finis Fluent®. Les équations intégrées numériquement sont celles de la chaleur dans un solide 2D axisymétrique soumis à une condition limite de rayonnement :

$$\begin{cases} \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\kappa_{th}}{\rho c_p} \Delta T = \frac{\chi}{\rho c_p} & (r, \theta) \in [0; R] \times [0; \pi] \end{cases} \quad (15)$$

$$\begin{cases} \kappa_{th} \frac{\partial T}{\partial r} = \phi & r = R, \theta \in [0; \pi] \end{cases} \quad (16)$$

Le champ de source volumique de chaleur  $\chi(r, \theta)$  a été calculé numériquement pour un échantillon placé dans un inducteur comme représenté figure 2. Le problème électromagnétique est résolu en utilisant un formalisme harmonique du champ électromagnétique en 2D axisymétrique grâce à un module développé au sein du laboratoire EPM [4]. Les paramètres de la simulation sont présentés dans le tableau 1.

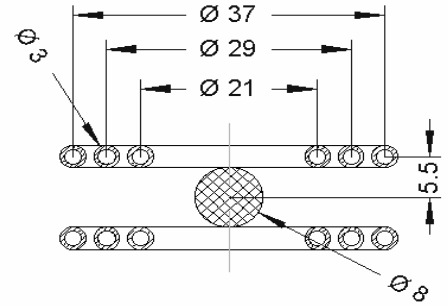


Figure 2 : Géométrie de l'inducteur

$\rho$	$c_p$	$\kappa_{th}$	$\sigma_e$	$\varepsilon$	$\omega_l$	$Bi$	$R$
$kg.m^{-3}$	$J.K^{-1}.kg^{-1}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	$\Omega^1.m^{-1}$	-	$rad.s^{-1}$	-	$m$
3860	663	23,1	$5,26.10^5$	0,4	$2\pi 380.10^3$	0,05	0,004

Tableau 1 : Paramètres de simulation

Le champ de source est modulé en amplitude avec  $\alpha = 5\%$  comme suit :

$$\chi(r, \theta, t) = \bar{\chi}(r, \theta)(1 + \alpha \sin(\omega_2 t)) \quad (17)$$

La température  $T_p(t)$  est relevée au cours de la simulation à la surface de l'échantillon en position polaire. Nous en déduisons  $\tilde{T}_{p,0}$  en fonction de la pulsation de modulation  $\omega_2$ .

Nous souhaitons évaluer l'influence de la linéarisation du flux de chaleur par rayonnement sur les valeurs de  $\tilde{T}_{p,0}$ . Pour cela, nous réalisons successivement les simulations pour deux types de conditions limites :

$$\text{-CL n°1 : } \phi(t) = \varepsilon \sigma (T_{surf}^4(t) - T_0^4)$$

$$\text{-CL n°2 : } \phi(t) = \varepsilon \sigma (\bar{T}_{surf}^4 - T_0^4) + [4\varepsilon \sigma \bar{T}_{surf}^3] \tilde{T}_{surf}(t)$$

Nous calculons le quotient  $\omega_2 \rho V c_p \tilde{T}_{p,0} / \tilde{P}_0$ , en fonction de la pulsation de modulation  $\omega_2$ . Les résultats sont présentés figure 3.

Nous remarquons un très bon accord entre les résultats numériques et le modèle analytique. Nous constatons que pour les basses fréquences, là où les oscillations de température sont les plus importantes, la différence entre les conditions CL1 et CL2 n'excède pas 2%.

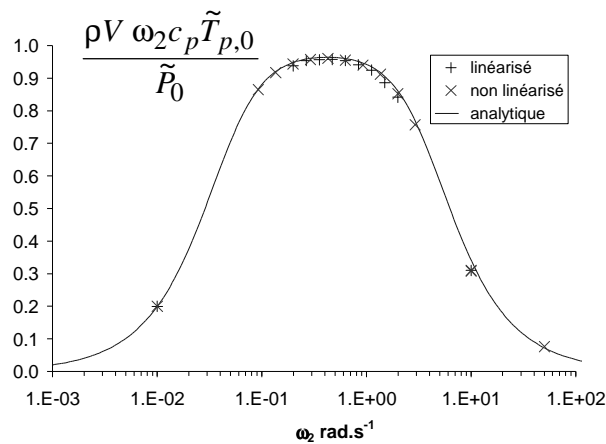


Figure 3 : Comparaison lois analytique et simulations (CL n°1 et CL n°2)

#### 4. Conclusions et perspectives

Nous avons montré que malgré des hypothèses de modélisation très contraignantes, le modèle analytique [3] est très puissant. Les transferts internes et externes y sont bien représentés pour un solide dans une large gamme de pulsation de modulation.

Une étude similaire devra être menée pour un échantillon liquide. En présence de convection, la pertinence de la mesure de la conductivité thermique à partir du coefficient de transfert global interne sera évaluée.

La technique présentée section 2.2 est limitée à l'étude de systèmes caractérisés par un nombre de Biot négligeable devant 1. Pour des matériaux réfractaires ou semi-conducteurs, cette approximation ne peut plus être faite et la connaissance des fractions  $g_e$  et  $s_e$  devient nécessaire.

Or nous avons montré dans cet article que la condition limite de rayonnement pouvait être valablement linéarisé. Nous pouvons alors faire l'approximation que le système d'équations de la chaleur décrivant la partie fluctuante de la température de l'échantillon est entièrement linéaire.

Une approche de type identification de procédés linéaires [5], basé sur le système d'équations 10, pourra permettre de déterminer l'ensemble des paramètres physiques et géométriques du système en une seule expérience.

#### Références

- [1] Sullivan 1968, Sullivan and Seidel, "Steady State, AC-Temperature Calorimetry.", *Phys. Rev.* 173:679 (1968)
- [2] Fecht 1991, Fecht and Johnson, "A conceptual approach for non-contact calorimetry in space", *Rev. Sci. Instr.* 62:1299 (1991)
- [3] Wunderlich 2005, Wunderlich R K and Fecht H-J "Modulated electromagnetic induction calorimetry of reactive metallic liquids.", *Measurement Science and Technology*. (2005)
- [4] Y. Delannoy, D. Pelletier, J. Etay, Y. Fautrelle "Stirring and mass transfer in a 1-phase induction system", *actes de la Conférence Internationale PAMIR Ramatuelle* (France), section II 39–44 (2002).
- [5] Richalet Jacques, *Pratique de l'identification*, Hermès (1991)

#### Remerciements

Ce travail est réalisé grâce au soutien financier de l'ESA [MAP-Thermolab], du CNES [Maglev] et de l'EC [PI-IMPRESS - Contract Number: NMP3-CT-2004-500635].